

DOCKET NO.: 267014US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Toshiyuki TSUBOUCHI, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/11897

INTERNATIONAL FILING DATE: September 18, 2003

FOR: TRACTION DRIVE FLUID COMPOSITIONS

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

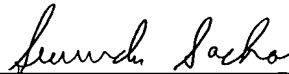
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2002-271742	18 September 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/11897. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

Patent Office 11 MAR 2005

PCT/JP 03/11897

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

18.09.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 9 月 1 8 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 7 1 7 4 2
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 2 7 1 7 4 2]

出 願 人 出 光 興 産 株 式 会 社
Applicant(s):

REC'D 06 NOV 2003

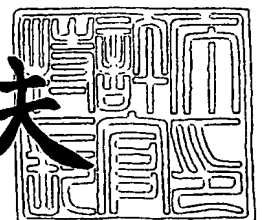
WIPO PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 3 年 1 0 月 2 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 8 7 4 5 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 IK8802

【提出日】 平成14年 9月18日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C10M143/00

【発明の名称】 トラクションドライブ用流体組成物

【請求項の数】 2

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市上泉 1 2 8 0 番地

 【氏名】 坪内 俊之

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市上泉 1 2 8 0 番地

 【氏名】 吉田 幸生

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番地 4

 【氏名】 古賀 英俊

【特許出願人】

 【識別番号】 000183646

 【氏名又は名称】 出光興産株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100078732

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 大谷 保

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 003171

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0000937

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 トラクシヨンドライブ用流体組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 分子中に第 4 級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクシヨンドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が 8,000～40,000 の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクシヨンドライブ用流体組成物。

- ①、構成成分として環構造を有するモノマーを 10 モル％以上含有する炭化水素ポリマー
- ②、主鎖に第 4 級炭素を 25％以上含有する炭化水素ポリマー
- ③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

【請求項 2】 (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で 0.1～20 質量％混合してなる請求項 1 記載のトラクシヨンドライブ用流体組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、トラクシヨンドライブ用流体組成物に関し、より詳しくは、トラクシヨン係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性に優れたトラクシヨンドライブ用流体組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

自動車用トラクシヨン式 CVT（無段変速機）はトルク伝達容量が大きく、また使用条件も過酷なため、使用するトラクシヨンオイルのトラクシヨン係数は、使用温度範囲での最低値、すなわち高温（140℃）でのトラクシヨン係数が CVT の設計値より十分に高いことが動力伝達面で必須である。

【0003】

またトラクシヨンオイルは、CVT 内で通常の潤滑油としての役割も担っているので、摩擦摩耗防止のために高温でも十分な油膜を保持できるだけの高い粘度

を有すること、一方では、北米・北欧等の寒冷値での低温始動性のために低温でも低い粘度を有することが要求される。すなわち、粘度の温度変化が小さい粘度指数の高いことが必要である。

このような背景を踏まえ、本発明者らは、従来にない、高温トラクション係数が高く、粘度指数も高い高性能トラクションオイルの基油を開発した（特許文献1参照）が、実用的にはさらに粘度指数向上剤を添加する必要があった。しかし、従来から知られている粘度指数向上剤は、少量添加しても高温トラクション係数を大幅に低下させるため、基油のトラクション係数を低下させずに粘度係数を改良可能な、トラクションオイルに適した粘度指数向上剤の開発が望まれていた。

【0004】

芳香族環を有する熱可塑性樹脂の水素化物をベースオイルに配合してなる、粘度指数とトラクション係数の高められたトラクションオイル組成物が開示されている（特許文献2参照）。しかし、分子量が低いため揮発性が高く、実用上不適当なビスクロヘキシルを基油としているので、実用上優れているか判断ができない。

【0005】

また、トラクションオイル用粘度指数向上剤として、脂環構造を有するポリメタクリレートが開示されているが（例えば、特許文献3～5参照）、せん断安定性が不十分であるため、使用条件が過酷なトラクションオイルには使用困難である場合がある。

【0006】

【特許文献1】

特開2000-17280号公報（第2頁）

【特許文献2】

特開昭61-19698号公報（第5頁、第1表）

【特許文献3】

特開昭61-19697号公報（第1頁）

【特許文献4】

特公平 6-62984 号公報 (第 1 頁)

【特許文献 5】

特開平 2002-19371 号公報 (第 1 頁)

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記観点からなされたもので、トラクション係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れたトラクションドライブ用流体組成物提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、重量平均分子量が 8,000~40,000 の範囲にある特定のポリマーがトラクションオイル用粘度指数向上剤として優れた性能を有することを見出し本発明を完成するに到った。

すなわち、本発明の要旨は下記の通りである。

1. (A) 分子中に第 4 級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクションドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が 8,000~40,000 の範囲にある、下記の①~③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクションドライブ用流体組成物。

①、構成成分として環構造を有するモノマーを 10 モル%以上含有する炭化水素ポリマー

②、主鎖に第 4 級炭素を 25%以上含有する炭化水素ポリマー

③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

2. (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で 0.1~20 質量%混合してなる前記 1 記載のトラクションドライブ用流体組成物。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明について詳細に説明する。

本発明の (A) 成分の第 4 級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクションド

ライブ用基油は、ポリブテン、ポリイソブチレン、ジイソブチレンのオリゴマー等の第4級炭素を有するイソパラフィンや、シクロヘキサン環、ビスクロヘプタン環、ビスクロオクタン環等の脂環構造を有するナフテン化合物、などのトラクション係数が高く、通常トラクションドライブ用基油として用いられているものであれば特に制限はないが、40℃における動粘度が $10 \sim 25 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、粘度指数が60以上、流動点が-40℃以下及び引火点が100℃以上という条件を満足するものが好ましい。

なかでも、シクロヘキサン環、ビスクロ[2.2.1]ヘプタン環、ビスクロ[3.2.1]オクタン環、ビスクロ[2.2.2]オクタン環及びビスクロ[3.3.0]オクタン環から選ばれる環を少なくとも2個有するナフテン化合物が特に好ましい。

【0010】

具体的には、ビスクロ[2.2.1]ヘプタン環化合物、ビスクロ[3.2.1]オクタン環化合物、ビスクロ[3.3.0]オクタン環化合物、ビスクロ[2.2.2]オクタン環化合物から選ばれる少なくとも一種の脂環化合物の二量体の水素化物、及び2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルペンタン、2,4-ジシクロヘキシルペンタン、2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルブタン、1-デカヒドロナフチル-1-シクロヘキシルエタンなどのシクロヘキサン環化合物から好ましく選択することができる。

【0011】

上記脂環化合物の二量体の水素化物の好ましい製造方法としては、例えば、アルキル基が置換してもよい下記オレフィンを二量化、水素化、蒸留の順に処理を行えばよい。

上記の原料のメチル基、エチル基あるいはプロピル基等のアルキル基が置換してもよいオレフィンとしては、例えば、ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン等のアルケニル置換ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン；メチレン置換、エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン等のアルキリデン置換ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン

; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン等のアルケニル置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン等のアルキリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; ビシクロ [3. 2. 1] オクテン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン; ビシクロ [3. 3. 0] オクテン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン; ビシクロ [2. 2. 2] オクテン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [2. 2. 2] オクテン等のアルケニル置換ビシクロ [2. 2. 2] オクテン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [2. 2. 2] オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ [2. 2. 2] オクタン; ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [2. 2. 2] オクタン等のアルケニル置換ビシクロ [2. 2. 2] オクタン; メチレン置換, エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [2. 2. 2] オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ [2. 2. 2] オクタンなどを挙げることができる。

【0012】

なかでも、ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン環化合物の二量体の水素化物が特

好ましく、対応する原料オレフィンとして、具体的には、例えば、ビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレンビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-3-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-2-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 3-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-7-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-7-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 7-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-5-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-5-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 5-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-6-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-6-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 6-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-1-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-1-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 1, 2-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-4-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-4-メチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 4-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-3, 7-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-2, 7-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 3, 7-トリメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-3, 6-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-2, 6-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2-メチレン-3, 3-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-2, 2-ジメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2, 3, 6-トリメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン; 2-メチレン-3-エチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 3-メチレン-2-エチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン; 2-メチル-3-エチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エンなどを挙げることができる。

【0013】

なお、前記の二量化とは、同種のオレフィンの二量化のみならず、異種の複数

のオレフィンの共二量化をも意味する。

上述のオレフィンの二量化は、通常触媒の存在下で必要に応じて溶媒を添加して行う。

この二量化に用いる触媒としては、通常、酸性触媒が使用される。具体的には、活性白土、ゼオライト、モンモリナイト、イオン交換樹脂等の固体酸、フッ化水素酸、ポリリン酸等の鉱酸類、トリフリック酸等の有機酸、塩化アルミニウム、塩化第二鉄、塩化第二スズ、三フッ化ホウ素、三フッ化ホウ素錯体、三臭化ホウ素、臭化アルミニウム、塩化ガリウム、臭化ガリウム等のルイス酸、トリエチルアルミニウム、塩化ジエチルアルミニウム、二塩化エチルアルミニウム等の有機アルミニウム化合物などを挙げることができる。

【0014】

これらの触媒の使用量は、特に制限されないが、通常は原料オレフィンに対して0.1～100質量%の範囲である。

この二量化にあたっては、溶媒は必ずしも必要としないが、反応時の原料オレフィンや触媒の取り扱い上あるいは反応の進行を調節する上で用いることもできる。このような溶媒としては、各種ペンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素、シクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロサン、デカリン等の脂環式炭化水素、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル化合物、塩化メチレン、ジクロロエタン等のハロゲン含有化合物、ニトロメタン、ニトロベンゼン等のニトロ化合物などを挙げることができる。

【0015】

これら触媒等の存在下で二量化反応を行うが、その反応温度としては、一般に-70～200℃の範囲である。その温度範囲で触媒の種類や添加剤等により適当な条件が設定されるが、反応圧力は通常常圧であり、反応時間については、通常0.5～10時間である。

次に、このようにして得られた原料オレフィンの二量体を水素化し、目的とする二量体の水素化物とする。なお、水素化は別々に別の原料オレフィンを使用して二量化した二量体を適度に混合したものについて行ってもよい。

【0016】

この水素化反応も、通常は触媒の存在下行うが、その触媒としては、ニッケル、ルテニウム、パラジウム、白金、ロジウム、イリジウム等の水素化用触媒を挙げることができる。この触媒の使用量は、通常上記二量化生成物に対して0.1～100質量%の範囲である。

また、この水素化反応は、前記二量化反応と同様に、無溶媒下でも進行するが、溶媒を用いることもでき、その場合、溶媒としては、各種ペンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素やシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロサン、デカリン等の脂環式炭化水素などを挙げることができる。

【0017】

反応温度としては、通常20～300℃、反応圧力については、常圧から20 MPaの範囲で行うことができる。反応時間は、通常1～10時間である。なお、生成した水素化物は、別の工程で別の原料オレフィンから生成した水素化物と混合して、(A)成分としての基油に供してもよい。

【0018】

次いで、(A)成分の基油に混合する(B)成分の粘度指数向上剤は、重量平均分子量が8,000～40,000の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーである。

- ①、構成成分として環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する炭化水素ポリマー
- ②、主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマー
- ③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

(B)成分のポリマーの重量平均分子量が8,000未満では、粘度指数向上効果が非常に小さく、40,000を超えると、せん断安定性に劣るため使用時にポリマー鎖が切断されて永久粘度低下が大きく、トラクションオイル用粘度指数向上剤として不適當で好ましくない。好ましい範囲は9,000～35,000であり、より好ましい範囲は10,000～35,000である。

【0019】

①における環構造を有するモノマーとして、スチレン、p-メチルスチレン、 α -メチルスチレン、ビニルナフタレン、インデン等の芳香族系モノマー；ビニルシクロヘキサン、ビニルシクロヘキセン、シクロヘキセン、ジペンテン、リモネン等の脂環系モノマー；ビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、ジシクロペンタジエン、ジヒドロジシクロペンタジエン、テトラシクロ〔6. 2. 1. 1³, 6⁰2,7〕ドデセン等の有橋環系モノマーが挙げられる。

①の炭化水素ポリマーは、上記の環構造を有するモノマーの重合体、又は、上記の環構造を有するモノマーと、エチレン、プロピレン、ブテン、プタジエン、ペンテン、ヘキセン、ヘプテン、オクテン、ノネン、デセン等の脂肪族系モノマーとの共重合体で、上記の環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する。10モル%未満であると、トラクション係数が低くなり好ましくない。好ましくは20モル%以上であり、より好ましくは40モル%以上である。

【0020】

②の炭化水素ポリマーは主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマーであり、例えば、ポリイソブチレン、イソブチレン/エチレン共重合体、イソブチレン/プロピレン共重合体、イソブチレン/ブテン共重合体等で、イソブチレンの共重合体の場合イソブチレンを50モル%以上含有するものである。主鎖の第4級炭素が25%未満であると、トラクション係数が低くなり好ましくない。好ましくは30%以上であり、より好ましくは40%以上である。

③の炭化水素ポリマーは①②の炭化水素ポリマーの水素化物である。オレフィン性二重結合が残存していると酸化安定性が悪くなるので、オレフィンを完全に水素化することが望ましい。なお、芳香族環を有するポリマーの場合、芳香族環を全部水素化してもよいし、一部水素化しただけでもよい。その芳香族環の水素化の度合いは、基油への溶解性に合わせ、必要に応じて調整すればよい。

【0021】

(B)成分(粘度指数向上剤)の(A)成分(基油)への混合割合は一概に決められないが、基油の粘度(低温粘度、高温粘度)により決まる。好ましくは、組成物基準で、0.1~20質量%である。0.1質量%未満であると、粘度指

数向上効果が見られない場合があり、20質量%を超えると、低温粘度が高くなり過ぎる上に永久粘度の低下も大きくなる場合がある。より好ましくは0.5～5質量%である。

【0022】

本発明のトラクションドライブ用流体は、必要に応じてその他の粘度指数向上剤、酸化防止剤、防錆剤、清浄分散剤、流動点降下剤、極圧剤、耐摩耗剤、油性向上剤、消泡剤、腐食防止剤などの各種添加剤を適量配合して用いることができる。

【0023】

【実施例】

次に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例になんら制限されるものではない。

【参考例1】

2リットルのステンレス製オートクレーブに、クロトンアルデヒド561g（8モル）及びジシクロペンタジエン352g（2.67モル）を仕込み、170℃で3時間攪拌して反応させた。反応溶液を室温まで冷却した後、ラネーニッケル触媒（川研ファインケミカル社製、M-300T）18gを加え、水素圧0.9MPa、反応温度150℃で4時間水素化を行った。冷却後、触媒を濾別した後、濾液を減圧蒸留し、105℃/2.66kPa留分565gを得た。この留分をマススペクトル、核磁気共鳴スペクトルで分析した結果、この留分は2-ヒドロキシメチル-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプタンであることが確認された。

【0024】

次いで、外径20mm、長さ500mmの石英ガラス製流通式常圧反応管に、γ-アルミナ（日揮化学社製、N612）20gを入れ、反応温度285℃、重量空間速度（WHSV）1.1hr⁻¹で脱水反応を行い、2-メチレン-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプタン及び2,3-ジメチルビシクロ[2.2.1]ヘプト-2-エンを含有する2-ヒドロキシメチル-3-メチルビシクロ[2.2.1]ヘプタンの脱水反応生成物490gを得た。

【0025】

1リットルの四つ口フラスコに、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体10g、及び上記で得られたオレフィン化合物490gを入れ、10℃で攪拌しながら、5時間二量化反応を行った。この反応混合物を希苛性ソーダ水溶液と飽和食塩水で洗浄した後、1リットルオートクレープに水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N-113）15gを加え、水素化を行った（水素圧3MPa、反応温度250℃、反応時間5時間）。反応終了後、濾過により触媒を除去し、濾液を減圧で蒸留することにより、目的とする二量体の水素化物（以下流体Aという。）340gを得た。この流体Aの性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

【0026】

〔参考例2〕

還流冷却器、攪拌装置及び温度計を備えた500ミリリットルの四つ口フラスコに活性白土（水澤化学工業社製、ガレオンアースNS）4g、ジエチレングリコールモノエチルエーテル10g及び α -メチルスチレン200gを入れ、反応温度105℃に加熱し、4時間攪拌した。反応終了後、生成液をガスクロマトグラフィーで分析して、転化率70%、目的物 α -メチルスチレン線状二量体の選択率95%、副生成物 α -メチルスチレン環状二量体の選択率1%、三量体等の高沸点物の選択率4%であることがわかった。この反応混合物を参考例1と同様に水素化、減圧蒸留を行うことにより、99%純度の α -メチルスチレン線状二量体水素化物、すなわち2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルペンタン（以下、流体Bという。）125gを得た。この流体Bの性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

【0027】

〔実施例1〕

1リットルオートクレープに、水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N-113）15g、ポリスチレン（ $M_w=16$ 万）20g、シクロヘキ

サン 500 ミリリットルを入れ、水素圧 6 MPa、反応温度 250℃で 3 時間水素化を行った。冷却後、濾別により触媒を除去し、濾液を蒸発乾固した後、減圧乾燥することにより水素化ポリスチレン（以下、ポリマー a という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー a のポリスチレン換算重量平均分子量は 1.4 万であった。このポリマー a 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0028】

〔実施例 2〕

実施例 1 において、ポリスチレン ($M_w = 16$ 万) 20 g の代わりに、エチレン/スチレン共重合体（スチレン 63 モル%、 $M_w = 16$ 万）20 g を使用して 30 分間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー b という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー b のポリスチレン換算重量平均分子量は 1.8 万であった。このポリマー b 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0029】

〔実施例 3〕

実施例 1 において、ポリスチレン ($M_w = 16$ 万) 20 g の代わりに、エチレン/スチレン共重合体（スチレン 50 モル%、 $M_w = 20$ 万）20 g を使用して 40 分間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー c という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー c のポリスチレン換算重量平均分子量は 0.9 万であった。このポリマー c 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0030】

〔比較例 1〕

実施例 3 において、250℃で40分間水素化を行った代わりに、200℃で4時間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー d という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー d のポリスチレン換算重量平均分子量は12万であった。このポリマー d 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0031】

〔比較例 2〕

実施例 3 において、250℃で40分間水素化を行った代わりに、250℃で4時間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー e という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー e のポリスチレン換算重量平均分子量は0.5万であった。このポリマー e 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0032】

〔比較例 3〕

市販のエチレン/プロピレン共重合体（三井化学社製、ルーカント HC-3000 X、ポリスチレン換算重量平均分子量は1.8万）1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0033】

〔実施例 4〕

参考例 2 で得られた流体 B に、実施例 2 で得られたポリマー b を 1.5 質量% 混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

【0034】

〔実施例5〕

1リットルオートクレープに、水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N-113）15g、ポリイソブチレン（BASF社製、OPPANOL・B10、ポリスチレン換算重量平均分子量は4.7万）20g、シクロヘキサン500ミリリットルを入れ、水素圧5MPa、反応温度280℃で8時間水素化を行った。冷却後、濾別により触媒を除去し、濾液を蒸発乾固した後、減圧乾燥することにより水素化ポリイソブチレン（以下、ポリマーfという。）19gを得た。GPCで測定した結果、ポリマーfのポリスチレン換算重量平均分子量は3.2万であった。このポリマーf 1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

【0035】

〔比較例4〕

ポリイソブチレン（BASF社製、OPPANOL・B10、ポリスチレン換算重量平均分子量は4.7万）1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

【0036】

〔実施例6〕

重合して製造したエチレン／ α -メチルスチレンコポリマー（ α -メチルスチレン50モル%、ポリスチレン換算重量平均分子量は1.3万）1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

【0037】

なお、上記の実施例及び比較例におけるトラクション係数の測定は、二円筒摩擦試験機にて行った。すなわち、接している同じサイズの円筒（直径52mm、厚さ6mmで被駆動側は曲率半径10mmのタイコ型、駆動側はクラウニングなしのフラット型）の一方を一定速度で、他方の回転速度を連続的に変化させ、両

円筒の接触部分に錘により 98.0 N の荷重を与えて、両円筒間に発生する接線力、即ちトラクション力を測定し、トラクション係数を求めた。この円筒は軸受鋼 S U J - 2 鏡面仕上げでできており、平均周速 6.8 m/s、最大ヘルツ接触圧は 1.23 GPa であった。また、流体温度（油温）140℃でのトラクション係数を測定するにあたっては、油タンクをヒーターで加熱することにより、油温を 40℃から 140℃まで昇温させ、すべり率 5%におけるトラクション係数を求めた。

【0038】

【表 1】

第1表-1

	参考例1	参考例2	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
動粘度@40℃ mm ² /s	17.32	20.23	22.01	24.05	21.27	42.72
動粘度@100℃ mm ² /s	3.578	3.572	4.307	4.649	4.162	7.971
粘度指数	77	13	101	110	94	161
せん断安定性 試験後の粘度 低下%	-0.1	-0.1	-0.6	-0.9	-0.5	-31.5
トラクション係数 @140℃	0.077	0.070	0.077	0.077	0.077	0.077

【0039】

【表 2】

第1表-2

	比較例2	比較例3	実施例4	実施例5	比較例4	実施例6
動粘度@40℃ mm ² /s	20.68	23.18	26.41	28.31	32.48	24.87
動粘度@100℃ mm ² /s	4.033	4.620	4.53	4.840	5.339	4.275
粘度指数	85	116	72	87	95	56
せん断安定性 試験後の粘度 低下%	-0.2	-0.7	-0.9	-0.9	-7.3	-2.8
トラクション係数 @140℃	0.077	0.074	0.071	0.070	0.070	0.070

【0040】

第1表から、実施例は比較例と比較して、トラクション係数は低下せずに、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れていることがわかる。

また、本発明は単に動粘度が高くなった効果により粘度指数が高くなっただけでなく、下記の三点を最適化している。

- (1) 粘度を高くしても、添加するポリマーにより粘度指数向上能が異なる。
- (2) 少量添加しても通常の粘度指数向上剤ポリマーではトラクション係数が大きく下がる。
- (3) ポリマーの分子量が大きいと粘度指数向上能が大きい、せん断安定性に劣る。

【0041】

【発明の効果】

本発明のトラクションドライブ用流体組成物は、トラクション係数は低下せずに、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れて、全世界でトラクションドライブ式CVT油として実用的に利用することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 トラクション係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れたトラクションドライブ用流体組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 分子中に第4級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクションドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が8,000～40,000の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクションドライブ用流体組成物である。

①、構成成分として環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する炭化水素ポリマー

②、主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマー

③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 2 7 1 7 4 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 6 4 6]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 3 丁目 1 番 1 号

氏 名

出光興産株式会社